

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-081406

(43)Date of publication of application : 27.03.2001

(51)Int.Cl.

C09D201/00

C09D 5/23

G11B 5/70

G11B 5/842

(21)Application number : 11-256876

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 10.09.1999

(72)Inventor : KAWASAKI KAORU

(54) PRODUCTION OF MAGNETIC COATING MATERIAL, AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a magnetic coating material suitable for high-density recording by using a medium for dispersion having an average particle size of a specified value or lower and by dispersing so as to satisfy a specific relation in the case when magnetic particles are dispersed in a dispersion liquid containing a binder with a medium-dispersing machine.

SOLUTION: In this method for producing a magnetic coating material, a medium for dispersion having an average particle size of 1 mm or lower is used and magnetic particles are dispersed so as to satisfy the relation represented by the formula [wherein η is the viscosity (cP) of the magnetic coating material at 20 rpm with a BL viscometer; m is the wt. (g) of one particle of the medium for dispersion represented by the average particle size of the medium; ω is the operating peripheral speed (cm/sec) of the medium-dispersing machine; ρ_a is the specific gravity (g/cc) of the medium; and ρ_b is the specific gravity of the magnetic coating material]. Preferably, a ceramic or zirconia is used as the medium. By finely pulverizing a magnetic powder and imparting high magnetic energy to it, the dispersibility of the magnetic powder in the dispersion liquid can be further improved though the cohesive power of each particle becomes strong.

$$0.5 \leq \omega / (m \times \omega^2 (\rho_a - \rho_b)) \leq 4.0$$

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-81406

(P2001-81406A)

(43)公開日 平成13年3月27日(2001.3.27)

(51)IntCl ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
C 0 9 D 201/00		C 0 9 D 201/00	4 J 0 3 8
5/23		5/23	5 D 0 0 6
G 1 1 B 5/70		G 1 1 B 5/70	5 D 1 1 2
5/842		5/842	A

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平11-256876

(22)出願日 平成11年9月10日(1999.9.10)

(71)出願人 000003067

ティーディーケー株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72)発明者 川崎 薫

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内

(74)代理人 100107272

弁理士 田村 敬二郎 (外1名)

Fターム(参考) 4J038 BA021 CA001 CD041 CD061

CD081 CE071 CF041 DB001

DD001 DQ001 HA066 HA166

KA06 LA06 NA22 PB11 PC08

SD006 BA08 EA01 FA09

SD112 AA05 BB19

(54)【発明の名称】 磁性塗料の製造方法及び磁気記録媒体

(57)【要約】

【課題】 微粒子化や高磁気エネルギー化した磁性粉を用いた場合に高比重で小径の分散用媒体により高密度記録に適する磁性塗料を製造することのできる製造方法、及びその磁性塗料を用いて製造し磁気特性及び電磁変換特性を向上させ高密度記録の可能な磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 この磁性塗料の製造方法は、媒体分散機を用いて磁性粒子を結合剤を含む分散液中に分散させる際に、平均粒径が1mm以下の分散用媒体を使用しかつ下記の式を満足するように分散を行う。

$$0.5 \leq \eta / (m \times v^2 (\rho_a - \rho_b)) \leq 4.0$$

(1)

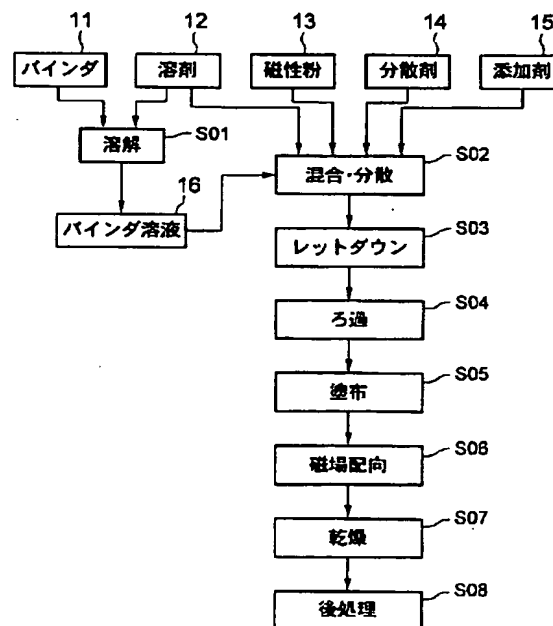
η : B L型粘度計の20rpm時の磁性塗料の粘度(cps)

m : 分散用媒体の平均粒径で代表される分散用媒体1個の重さ(g)

v : 媒体分散機の運転周速(cm/秒)

ρ_a : 分散用媒体の比重(g/cc)

ρ_b : 磁性塗料の比重(g/cc)



【特許請求の範囲】

【請求項1】 媒体分散機を用いて磁性粒子を結合剤を含む分散液中に分散させることにより磁性塗料を製造する方法であって、

平均粒径が1mm以下の分散用媒体を使用しかつ下記の式を満足するように分散を行うことを特徴とする磁性塗料の製造方法。

$$0.5 \leq \eta / (m \times v^2 (\rho_a - \rho_b)) \leq 40$$

η : BL型粘度計の20rpm時の磁性塗料の粘度 (cps)

m : 分散用媒体の平均粒径で代表される分散用媒体1個の重さ (g)

v : 媒体分散機の運転周速 (cm/秒)

ρ_a : 分散用媒体の比重 (g/cc)

ρ_b : 磁性塗料の比重 (g/cc)

【請求項2】 前記分散用媒体がセラミックである請求項1に記載の磁性塗料の製造方法。

【請求項3】 前記分散用媒体がジルコニアである請求項1に記載の磁性塗料の製造方法

【請求項4】 請求項1、2または3に記載の製造方法による磁性塗料を支持体に塗布することにより製造された磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、媒体分散機を用いて磁性塗料組成物を分散用媒体とともに効率良く混合し分散して磁性塗料を製造する方法及びその磁性塗料を用いて製造した磁気記録媒体に関し、特に、貯蔵安定性等の生産性を改善した磁性塗料の製造方法及び磁気特性、電磁変換特性を向上させた磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】一般に、磁性塗料は、磁性粉末、結合剤成分、有機溶剤及びその他の必要成分からなる磁性塗料組成物を、ガラスビーズ等の分散用媒体を混合槽内に充填した媒体分散型ミルに供給し、混合槽内に内設した攪拌装置で分散用媒体とともに強制攪拌する等の工程を経て製造されている。

【0003】一方、ビデオ、オーディオ機器あるいはコンピュータ等に用いる磁気記録媒体は、近年益々、高記録密度化が進み、その為に記録波長は短く、記録トラック幅は狭く、記録媒体厚は薄くして最小記録単位を小さくする方向に向かっている。その対処のため、磁性粉末は微粒子で磁気エネルギーの大きな強磁性金属粉末を使用するようになってきている。ところが、磁性粉は、微粒子化や高磁気エネルギー化するほど、個々の粒子の凝集力が強まり、その結果、ガラスビーズを分散用媒体として使用する磁性塗料の製造方法では、短波長記録の高い再生出力や良好なS/N比を得るために必要な分散性*

*や表面平滑性が十分に得られないといった問題点があった。

【0004】このため、比重がガラスビーズに比較し大きなジルコンビーズやジルコニアビーズ等のセラミックビーズを分散用媒体として使用する方法が特開昭60-211637号、特開昭64-57422号、特開平1-290122号等において提案されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、比重が比較的大きなセラミックビーズ、特にジルコニアビーズ（比重6g/cc）を分散用媒体として使用すると、比重が大きすぎるために磁性粉を折損し電磁変換特性を劣化させる問題があった。この問題を避けるためには、分散液の粘度を高くしたり、分散機の攪拌装置の周速を従来条件よりも低速で運転し、分散用媒体相互間の衝突時の衝撃力を緩和させねばならない。しかし、分散液の粘度を高めると、磁性塗料を支持体にコーティングすること自体が困難になるといった新たな問題が生じる。また、攪拌装置の周速を低くすると、分散用媒体を十分に攪拌することが難しくなり、所望の分散度を得ることが困難になるといった問題が生じてくる。

【0006】一方、磁性粉の微粒子化が進むと、使用する分散用媒体の径もより小さなものを使用しないと十分な分散度を得ることが難しくなる。ところが、分散用媒体の径が小さくなると媒体1個あたりの重さが小さくなり、場合によっては十分な衝突力を得ることができず、十分な分散度を得ることが困難となってしまう。

【0007】本発明は、従来の磁性塗料の製造方法における上述のような問題点を解消し、微粒子化や高磁気エネルギー化した磁性粉を用いた場合に高比重で小径の分散用媒体により高密度記録に適する磁性塗料を製造することのできる製造方法、及びその磁性塗料を用いて製造した磁気特性及び電磁変換特性を向上させ高密度記録の可能な磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を達成するため、本発明者は鋭意研究の結果、使用する分散用媒体の重さ、分散液粘度、媒体分散機に内設される攪拌装置の周速等を所定の式を満足するように設定することが効果的であることを見だし、本発明はこの知見に基づいてなされたものである。

【0009】即ち、本発明の磁性塗料の製造方法は、媒体分散機を用いて磁性粒子を結合剤を含む分散液中に分散させることにより磁性塗料を製造する方法であって、平均粒径が1mm以下の分散用媒体を使用しかつ下記の式(1)を満足するように分散を行うことを特徴とする。

【0010】

$$0.5 \leq \eta / (m \times v^2 (\rho_a - \rho_b)) \leq 40 \quad (1)$$

【0011】 η : BL型粘度計の20rpm時の磁性塗料の粘度(cps)

【0012】 m : 分散用媒体の平均粒径で代表される分散用媒体1個の重さ(g)

【0013】 v : 媒体分散機の運転周速(cm/秒)

【0014】 ρ_a : 分散用媒体の比重(g/cc)

【0015】 ρ_b : 磁性塗料の比重(g/cc) *

$$\text{粘度 } \eta \text{ (cps)} = \text{定数} \times \text{粘度計指示値}$$

(2)

【0018】また、分散用媒体の重さ m は、分散用媒体の平均粒径で代表される分散用媒体1個の重さ(g)であり、具体的には以下の式(3)により求めることが*

$$m = (4/3) \pi r^3 \rho_a$$

ここで、 r (cm)は分散用媒体の平均粒径の1/2である。

【0020】また、媒体分散機の運転周速 v は、後述のピン型ミルなどの攪拌シャフトに取り付けられたピンの先端部の周速を表す。

【0021】上述の式(1)の中間項の値が40を超えると、キャストした塗膜の表面光沢度からは分散が良好に見えるが、ミクロ的に見ると、磁性粉1個1個まで分散されていない小さなマイクロ凝集体が存在するようになり、分散液中の磁性粉の分散性が低下する方向になる。このため、微粒子化した磁性粉を含む磁性塗料を記録波長の短い記録媒体用として使用する場合に塗布前にフィルタにてマイクロ凝集体を取り除く必要があり、磁性塗料を濾過するフィルタの孔径を小さなマイクロ凝集体を除去するため小さくすると、フィルタライフ(フィルタが目詰まりをおこし濾過できなくなるまでの時間)が短くなり、生産性が向上しないという問題点が生じてしまう。また、式(1)の中間項の値が大きくなりすぎると、マイクロ凝集体以外に大きな凝集体が存在するようになり好ましくない。

【0022】式(1)の中間項の値が40以下であると、磁性粉が1個1個まで分散され易く、小さなマイクロ凝集体ができ難くなり、分散性が良好になる。これにより、フィルタライフも長くなり、生産性が向上する。

【0023】一方、式(1)の中間項の値が0.5より小さくなると、磁性粉の折損が発生し易くなる。この折損のため微細化された粉碎磁性粉片の影響により磁性粉の再凝集が起こり易くなり、磁性塗料の貯蔵安定性が劣化し、更にかかる磁性塗料を用いた磁気記録媒体において磁気特性や電磁変換特性にバラツキが生じ易くなる。

【0024】式(1)の中間項の値が0.5以上であると、上述の磁性塗料の貯蔵安定性が向上し、かかる磁性塗料を用いた磁気記録媒体において磁気特性や電磁変換特性が安定しかつ向上する。

【0025】また、前記分散用媒体としてセラミックまたはジルコニアを用いることができる。磁性粉が微粒子化・高磁気エネルギー化することにより個々の粒子の凝集力が強まっても、比重がガラスビーズに比較し大きな

*【0016】上述の式(1)において、粘度 η は以下の測定法により得られる。例えば、(株)トキメック製B型粘度計(BL型)を使用し、ロータの回転数が20rpmで1分後の粘度を算出する。粘度は、次の式(2)のように、使用するロータと回転数とによって決まる定数に粘度計指示値を乗じた値となる。

【0017】

* きる。

【0019】

(3)

セラミックビーズやジルコニアビーズ等の分散用媒体を使用することにより、分散液中の磁性粉の分散性を更に改善することができる。

【0026】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施の形態により更に詳説する。図1に本実施の形態による磁性塗料の製造工程の一例を示すが、本発明はこの製造工程に限定されるものではない。

【0027】まず、樹脂材料等の結合剤(バインダ)11を溶剤12に溶解し、バインダ溶液16を作成する(S01)。一方、溶剤12と、磁性粉13と、分散剤14と、添加剤15と、バインダ溶液16とを混合し、分散用媒体を予め所定充填量投入した媒体分散型ミルのベッセル内に供給し、ベッセルに内設した多数の攪拌用ディスク、翼状攪拌体または攪拌用ピン等の攪拌装置が所定の周速で回転しながら、混合・分散処理を行う(S02)。なお、分散処理の前に磁性粉とバインダ溶液とを高粘度状態でよく混合させるために混練処理を行い、更にこの混練処理をしたものに溶剤を加えて攪拌し希釈する攪拌処理を行うことが好ましい。

【0028】次に、上述のように混合・分散処理を行い磁性粉13が分散された分散液に必要な溶剤を加えて粘度を下げるレットダウンを行ってから(S03)、フィルタにより濾過を行い(S04)、磁性塗料を製造することができる。

【0029】以上のような磁性塗料を薄い支持体に塗布し(S05)、流動性が十分に残っている状態で磁場中を通過させることにより磁性粉の方向性をそろえる磁場配向処理を行い(S06)、溶剤を蒸発させ固体状態にする乾燥処理を行ってから(S07)、表面性を改善し磁性粉の詰まり具合を向上させるカレンダー表面処理や所望の形状への裁断処理等の後処理を行う(S08)ことにより、磁気記録媒体を製造することができる。なお、磁気記録媒体には、必要に応じて磁性塗料を形成した反対面にバックコート層を設けても良い。また、カレンダー表面処理とは、記録媒体を、交互に配置された金属ロールと弾性ロールとの間を所定の温度と圧力を加えた状態で通過させることにより行うことができる。

【0030】上述の媒体分散機としてはピン型ミルやサンドミルを代表に挙げることができるが、このピン型ミルを図2により説明する。媒体分散機としてのピン型ミル1は、磁性塗料の分散液を収納する縦長円筒状の容器（ベッセル）2と、容器2の内壁面に半径方向に突き出るよう固定された多数のピン3と、第2のピン5が多数連結されモータ（図示省略）により回転駆動される回転軸4と、容器2に設けられた分散液の入口6と、分散液の出口7とを備える。

【0031】回転軸4の半径方向に第2のピン5が設けられ、第2のピン5と容器2の内壁から突き出たピン3とは上下方向に間隔をおいた状態で交互に半径方向に部分的に重なるように構成されている。この攪拌装置としての回転軸4に設けられた第2のピン5の先端における回転速度が、攪拌装置の周速 v である。

【0032】分散処理のなされる分散液（磁性塗料）は、入口6から容器2内に供給され、回転する第2のピン5と固定されたピン3との間を通りながら、分散機のベッセル内の分散用媒体（ビーズ）により分散処理を受けながら、出口7から排出される。なお、十分な分散性を得るために必要に応じて、排出された分散液を再度入口6から容器2内に供給（循環供給と呼ぶ）しても良く、また、複数のピン型ミル1を直列に多段に配置して、分散液を順次に分散処理するようにしても良い。

【0033】また、媒体分散機の別の例としてサンドミルを図3により説明する。サンドミル21は、磁性塗料の分散液を収納する縦長円筒状の容器（ベッセル）22と、回転ディスク25が多数連結されモータ（図示省略）により回転駆動される回転軸24と、容器22に設けられた分散液の入口26と、分散液の出口27とを備える。

【0034】回転ディスク25は、図3（b）のように、円板状に構成され、複数の孔25aが設けられている。ポンプ等により入口26から送り込まれた分散液（磁性塗料）が回転する多数のディスク25により攪拌されながら、分散機のベッセル内の分散用媒体（ビーズ）により分散処理を受けながら、出口27から排出される。

【0035】なお、媒体分散機としては、上述のピン型ミルやサンドミル以外にもアニューラー型ミルや混合槽内に内設された攪拌装置を持つ他の分散機であっても良い。攪拌装置は、攪拌用ディスク、翼状攪拌体または攪拌用ピン等であって良く、その周速 v は、式（1）を満足する範囲内であれば特に制約はないが、好ましくは、 $6 \sim 12 \text{ m/s}$ である。

【0036】また、分散用媒体は、その材質には特に制約はないが、セラミックが好ましく、特にジルコニアが耐磨耗度の点からより好ましく、小径のビーズ状にしたものが用いられる。分散用媒体 ρ_a の比重は好ましくは $2.0 \text{ g/cc} \sim 6.5 \text{ g/cc}$ であり、より好ましく

は $3.8 \text{ g/cc} \sim 6.0 \text{ g/cc}$ である。分散用媒体の平均粒径は 1 mm 以下が好ましく、 $0.3 \text{ mm} \sim 0.8 \text{ mm}$ がより好ましい。なお、分散用媒体の平均粒径が小さくなり過ぎると、分散液と分散用媒体との分離が難しくなり、媒体分散機から分散用媒体が分散液中に漏出しギアポンプ等の供給装置に閉塞し、正常な運転が困難となるといった、製造上の支障をきたすといった問題点が生じ易くなる。従って、分散用媒体と分散液との分離が可能であれば、 0.3 mm 未満のより小さな平均粒径の分散用媒体を使用することは、式（1）を満たす条件であれば可能である。

【0037】また、分散用媒体の充填率は $55 \sim 85\%$ が好ましい。充填率とは、容器内に分散用媒体を投入したときの見掛けの容積を $V1$ 、分散用媒体の真の容積を $V2$ 、分散液の容積を $V3$ としたとき、 $100V1/(V2+V3)$ として定義される。

【0038】また、磁性粉末としては、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 Fe_3O_4 、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ と Fe_3O_4 との固溶体、Co化合物被着型 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、Co化合物ドーブ型 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、Co化合物被着型 Fe_3O_4 、Co化合物ドーブ型 Fe_3O_4 、Co化合物被着型 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ とCo化合物被着型 Fe_3O_4 との固溶体、Co化合物ドーブ型 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ とCo化合物ドーブ型 Fe_3O_4 との固溶体、 CrO_2 等の酸化物強磁性粉末、 Fe-Co-Ni 合金、 Fe-Al 合金、 Mn-Bi 合金、 Fe-Al-P 合金、 Fe-Co-Ni-Cr 合金、 Fe-Ni-Zn 合金、 Fe-Co-Ni-P 合金、 Fe-Ni 合金、 Co-Ni 合金、 Co-P 合金、 Fe-Mn-Zn 合金、 Fe-Ni-Cr-P 合金等、 Fe 、 Ni 、 Co を主成分とする従来公知の金属磁性粉末が挙げられる。

【0039】また、結合剤としての樹脂材料としては、塩化ビニル-酢酸ビニル系共重合体、塩化ビニル-塩化ビニリデン共重合体、セルロース系樹脂、エポキシ系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂、ポリビニルブチラール系樹脂、繊維素系樹脂、合成ゴム系樹脂などがあり、これらは一般に磁気記録媒体用に使用される結合剤としての樹脂材料である。

【0040】また、溶剤としての有機溶剤は、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、トルエンシクロヘキサノン、酢酸エチル、テトラヒドロフランなどがあり、これらは、結合剤の樹脂材料を溶解するのに適し、特に制限されることなく、単独または2種以上混合して使用される。

【0041】この他、必要に応じて、分散剤、潤滑剤、研磨材、帯電防止剤、硬化剤などが添加されて使用される。これは、一般に磁性塗料中に添加されるものである。

【0042】また、PET等の薄い支持体の上に磁性塗料を塗布し磁性層を形成する際に用いられる塗布方法としては、押し出し塗布法、リバースロール塗布法、グラ

ピアロール塗布法、ナイフコート塗布法、ドクターブレード塗布法、キスコート塗布法、カラーコート塗布法、スライドビード塗布法等が利用できる。中でも、特に、塗布膜厚の均一性の点で押し出し塗布法が好ましい。
 【0043】また、支持体としては、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリエチレンナフタレート（PEN）等のポリエステル類、ポリオレフィン類、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリスルホンセルローストリアセテート、ポリカーボネート等の公知の*

磁性塗料組成物

【0047】

強磁性金属磁性磁性粉

($H_c = 1850 \text{ Oe}$ 、 $\sigma_s = 130 \text{ emu/g}$ 、平均長軸長 $0.10 \mu\text{m}$)
 ... 100重量部

【0048】

塩化ビニル系共重合体樹脂（日本ゼオン（株）製、MR110）（結合剤）
 ... 8.3重量部

【0049】

ポリエステルポリウレタン樹脂（東洋紡績（株）製、UR-8300）（結合剤）
 ... 8.3重量部

【0050】

α -アルミナ（住友化学工業（株）製、HIT60A）... 8重量部

【0051】

ステアリン酸 ... 1重量部
 ステアリン酸ブチル ... 1重量部

【0052】

メチルエチルケトン（溶剤） ... 118重量部

【0053】

トルエン（溶剤） ... 118重量部

【0054】

シクロヘキサノン（溶剤） ... 79重量部

【0055】上述の組成物を有機溶剤の一部を除いた状態で、磁性粉とバインダ溶液とをニーダにて高粘度状態で十分に混練処理を行った後、残りの有機溶剤を加え、ディゾルバにて十分に攪拌した後、平均粒径 $0.8 \mu\text{m}$ のジルコニアビーズを充填率80%で充填した媒体分散機（ピン型サンドミル）で周速 6 m/s にて6時間循環供給しながら混合・分散処理を行い、得られた磁性塗料に硬化剤を3.3重量部を添加し混合し、公称濾過精度 $0.3 \mu\text{m}$ のフィルタにてフィルタ処理を行い、その磁性塗料を厚さ $8 \mu\text{m}$ のPET支持体上に磁性層の乾燥後厚みが $1.2 \mu\text{m}$ となるよう塗布し、磁場配向処理、乾燥処理、カレンダー表面処理を施した。

【0056】また、PET支持体の磁性層面の反対面にカーボンブラックと結合剤とを主体とするバックコート

* 支持体を使用するできる。

【0044】

【実施例】次に、本発明の実施例1～7を比較例1～4とともに説明する。

（実施例1）

【0045】媒体分散機として図2に示すようなピン型ミルを使用し、下記の組成を有する磁性塗料を表1に記載の条件で実施例1として作成した。

【0046】

層を塗布し、カレンダー処理を施した後に、熱硬化処理を行った。

【0057】以上のようにして作製された磁気記録媒体の原反を 8 mm 幅に裁断し、テープ状の磁気記録媒体のサンプルを作成した。

【0058】また、上述のように調製し硬化剤を入れる前の磁性塗料の分散液を貯蔵タンクで攪拌しながら24時間保存後、この磁性塗料を用いて前記と同様に操作して塗布を行い同様にサンプルを作成した。

【0059】以上のように作成したサンプルにつき、以下に示すようなフィルタライフ、磁気特性、電磁変換特性の評価を行った。この結果を次の表1に示す。

【0060】

【表1】

	実施例1	比較例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例2	比較例3	実施例5	実施例6	比較例4	実施例7
分散用媒体の種類	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア	シリニア
分散用媒体平均粒径 ϕ (mm)	0.8	1.25	1	0.3	0.6	0.8	0.3	0.3	0.5	1.25	0.5
分散用媒体比重 ρ (g/cc)	6	6	4	6	4	6	6	6	6	6	6
分散液粘度 η (cPa)											
一次分散時	3000	3000	3000	3000	3000	3000	10000	20000	10000	10000	30000
希釈分散時							2950	3040	3080	3000	3120
分散液比重 ρ (g/cc)											
一次分散時	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.22	1.22	1.22	1.22	1.24
希釈分散時							1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
分散機周速 v (m/s)	6	6	6	6	6	10	6	12	12	6	12
式(1)の値											
一次分散時	1.08	0.28	1.42	20.48	6.68	0.39	68.65	34.27	3.70	0.95	11.15
希釈分散時							20.20	5.19	1.14	0.28	1.15
分散性評価											
角形比	0.86	0.81	0.85	0.84	0.86	0.82	0.83	0.85	0.86	0.82	0.87
7.6MHz出力(dB)	0.7	0.3	0.6	0.5	0.6	0.5	0.3	0.6	0.7	0.5	0.8
フィルタライフ(h)	30	36	32	26	31	38	5	29	32	30	30
24hr貯蔵性評価											
角形比	0.85	0.77	0.85	0.84	0.85	0.79	0.82	0.84	0.86	0.79	0.88
7.6MHz出力(dB)	0.6	-0.2	0.6	0.5	0.5	0	0.3	0.5	0.7	0.1	0.7

なお、磁気特性としては、東英工業(株)製VSMを用いて印加磁界10kOeで磁気測定を行い、角形比(B_r/B_m)を測定し、この角形比で磁気特性を評価した。

【0061】また、電磁変換特性としては、Hi8デッキ(ソニー(株)製EV-S9000)により7.6MHzの波長の記録信号の再生出力を測定し、この7.6MHz出力(dB)で電磁変換特性を評価した。

【0062】(比較例1)また、比較例1として使用する分散用媒体の平均粒径を1.25mmとした以外は実施例1と同様にサンプルを作成した。

【0063】(実施例2)また、使用する分散用媒体をその平均粒径が1.0mm、比重が4.0g/ccのチタニアビーズとした以外は実施例1と同様にサンプルを作成した。

【0064】(実施例3)また、使用する分散用媒体の平均粒径を0.3mmとした以外は実施例1と同様にサンプルを作成した。

【0065】(実施例4)使用する分散用媒体をその平均粒径が0.6mm、比重が4.0g/ccのチタニアビーズとした以外は実施例1と同様にサンプルを作成した。

【0066】(比較例2)使用する媒体分散機の周速を10m/sとした以外は実施例1と同様にサンプルを作成した。

【0067】(実施例5~7及び比較例3、4)上述の磁性塗料組成物の有機溶剤の一部を除いた状態で、ニーダにて十分に混練処理を行った後、表1に示す条件の分散用媒体及び媒体分散機の周速にて、実施例5~7及び

比較例3、4として、それぞれ表1に示す粘度(一次分散時)となるように残りの有機溶剤を添加し混合してから5時間循環供給しながら混合・分散処理を行い一次分散の磁性塗料とし、更にそれぞれ表1に示す粘度(希釈分散時)となるように有機溶剤を添加し混合して希釈し、1時間循環供給しながら混合・分散処理して希釈分散後の磁性塗料とし、各磁性塗料(分散液)をそれぞれ調製した。以上のようにして、実施例5~7及び比較例3、4の各サンプルを作製した。

【0068】表1に示す結果から、実施例1と比較例1とを比較すると、分散用媒体の平均粒径が1mmを超えると、式(1)の中間項の値が0.5未満となり、角形比及び再生出力がともに低く、磁気特性、電磁変換特性が低下し、また貯蔵後の電磁変換特性が低下しており、貯蔵性が良くないことが分かる。

【0069】また、実施例2によれば、実施例1と比べて、分散用媒体の平均粒径を1mmと大きくし、比重を4と小さくしているが、式(1)の中間項の値が0.5以上4.0以下であり、角形比及び再生出力が殆ど変わらず、磁気特性、電磁変換特性が低下せず、また貯蔵性が安定していることが分かる。

【0070】また、実施例3によれば、実施例1と比べて、分散用媒体の平均粒径を0.3mmと小さくしているが、式(1)の中間項の値が0.5以上4.0以下であり、角形比及び再生出力が殆ど変わらず、磁気特性、電磁変換特性が低下せず、また貯蔵性が安定していることが分かる。

【0071】また、実施例4によれば、実施例1と比べて、分散用媒体の平均粒径を0.6mmと小さくし、比

重を4と小さくしているが、式(1)の中間項の値が0.5以上40以下であり、角形比及び再生出力が殆ど変わらず、磁気特性、電磁変換特性が低下せず、また貯蔵性が安定していることが分かる。

【0072】また、実施例1と媒体分散機の攪拌装置の周速を10m/秒と大きくした比較例1とを比較すると、式(1)の中間項の値が0.5未満であり、特に24時間貯留後の再生出力が低く、電磁変換特性の点で貯蔵性が良くないことが分かる。

【0073】また、実施例3と比較例3とを比較すると、一次分散時の粘度が高く式(1)の中間項の値が40以上であるので、希釈分散時の粘度が低く40以下となっても、再生出力が低く、更にフィルタライフが低下しており、磁性粉が磁性塗料に十分に分散していないことが分かる。

【0074】また、実施例5～7と比較例4を比較すると、一次分散時の粘度が高い場合には、媒体分散機の攪拌装置の周速を大きくすることで式(1)の中間項の値が0.5以上40以下となり、十分な磁気特性、電磁変換特性、貯蔵性を得ることができると分かる。

【0075】以上のように、実施例1～7及び比較例1～4の各結果から明らかなように、式(1)の中間項の値を本発明の範囲内とする磁性塗料の製造方法によれば、微粒子化や高磁気エネルギー化した磁性粉を用いた場合に優れた貯蔵安定性を確保できるとともにフィルタの寿命を長くできるので、磁性塗料及び磁性記録媒体の生産性を向上できる。また、かかる製造方法により得られた磁性塗料を用いて製造された磁性記録媒体によれば、磁気特性及び電磁変換特性が改善され高密度記録の可能な磁性記録媒体が実現可能となる。

【0076】以上のように本発明を実施の形態により説明したが、本発明はこれらに限定されるものではなく、

本発明の技術的思想の範囲内で各種の変形が可能である。例えば、分散用媒体は式(1)の中間項の値を満足する範囲であれば、他の材質や平均粒径のものを用いても良い。

【0077】

【発明の効果】本発明によれば、微粒子化や高磁気エネルギー化した磁性粉を用いた場合に高比重で小径の分散用媒体により高密度記録に適する磁性塗料を製造することのできる製造方法を提供できる。また、この磁性塗料を用いて製造し磁気特性及び電磁変換特性を向上させ高密度記録の可能な磁性記録媒体を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による実施の形態の磁性塗料の製造方法の工程をその後の磁性記録媒体の製造工程とともに示すフローチャートである。

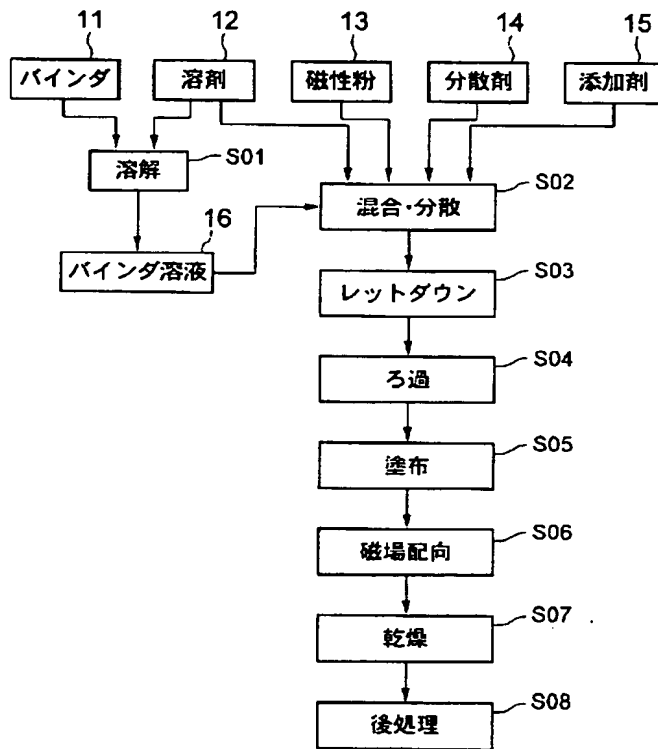
【図2】図1の製造方法において使用できる媒体分散機としてのピン型ミルの縦断面図である。

【図3】図1の製造方法において使用できる媒体分散機の別の例としてのサンドミルの縦断面図(a)、及び回転ディスクの平面図(b)である。

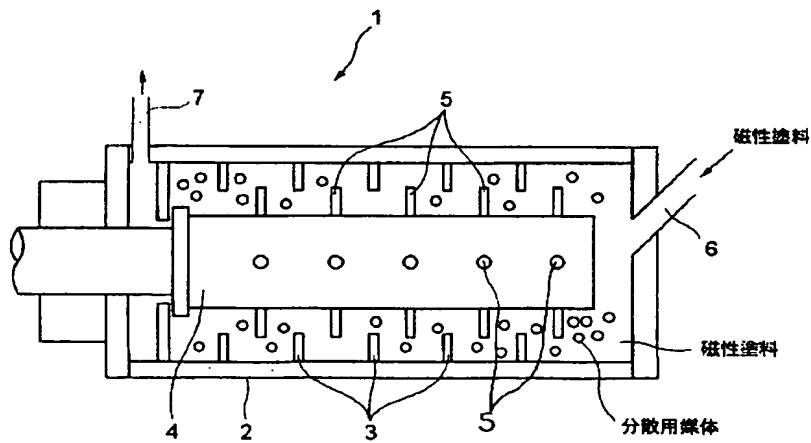
【符号の説明】

1	ピン型ミル(媒体分散機)
3	ピン
6	ピン
11	バインダ(結合剤)
12	溶剤
13	磁性粉
14	分散用媒体
16	バインダ溶液
21	サンドミル(媒体分散機)
25	回転ディスク

【図1】



【図2】



【図3】

